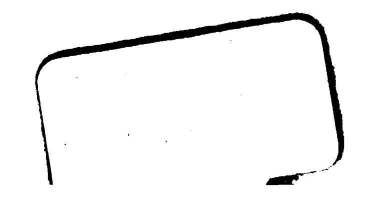

Chem
1108
68.3
Commerson · Guide des Matières Sucrées.
1868.





GUIDE POUR L'ANALYSE

DES

MATIÈRES SUCRÉES

PAR

ÉMILE COMMERSON

INGÉNIEUR

des Arts & Manufactures.

PARIS

AU BUREAU DU JOURNAL DES FABRICANTS DE SUCRE

99, BOULEVARD MAGENTA

—

1868



GUIDE POUR L'ANALYSE

DES MATIÈRES SUCRÉES

COMPIÈGNE. — IMPRIMERIE FERD. VELLIEZ

GUIDE POUR L'ANALYSE

DES

MATIÈRES SUCRÉES

PAR

ÉMILE COMMERSON

INGÉNIEUR

des Arts & Manufactures.

PARIS

AU BUREAU DU JOURNAL DES FABRICANTS DE SUCRE

99, BOULEVARD MAGENTA

1868

6

GUIDE POUR L'ANALYSE

DES

MATIÈRES SUCRÉES

Ce traité d'analyse des matières sucrées s'adresse spécialement aux personnes qui, n'ayant pas l'habitude des manipulations chimiques, voudraient faire d'une manière rapide et exacte tous les essais qui se présentent journellement dans l'industrie et dans le commerce des sucres.

On a cru devoir passer rapidement sur la théorie et entrer au contraire dans les détails pratiques des manipulations : détails qui ne pourront paraître oiseux qu'aux chimistes de profession.

On s'occupera de l'analyse : 1° des sucres bruts indigènes et exotiques ; 2° des mélasses et de tous les sirops ; 3° des betteraves et de la canne à sucre.

CHAPITRE I.

NOTIONS GÉNÉRALES.

Dans l'analyse d'un sucre brut indigène, on détermine directement :

Le sucre cristallisable, l'eau et les cendres. — Pour les sucres exotiques et les sucres indigènes fermentés, il faut déterminer en plus le *sucre incristallisable.*

Les matières organiques autres que le sucre se calculent par différence.

Dans les mélasses et les sirops, on dose *le sucre cristallisable, le sucre incristallisable et les cendres.*

Quelquefois, mais très rarement, on peut avoir à doser les matières colorantes.

SUCRE CRISTALLISABLE.

Dans les bulletins d'analyse, on désigne sous le nom de *sucre cristallisable* la totalité du *sucre de canne* contenu dans la substance analysée ; c'est le sucre qui, placé dans les conditions voulues, cristalliserait s'il était isolé des matières minérales et organiques qui l'accompagnent presque toujours ; tandis que le *sucre extractible* est la partie qu'on obtiendra au raffinage

en pain supposé sec et pur, en admettant qu'il n'y aura pas de perte dans le travail ; c'est ce que l'on désigne aussi sous le nom de ***rendement au raffinage***.

Il y aura une portion du sucre cristallisable qui sera forcément immobilisée en mélasse par les sels et le sucre incristallisable : le poids de cette portion est la différence entre le poids du sucre cristallisable et le poids du sucre extractible.

— Pour l'analyse, on a à connaître seulement les propriétés suivantes :

— Le sucre est soluble dans le tiers de son poids d'eau froide, sa solubilité augmente très rapidement avec la température.

Le sucre pur fond vers 160°, le sucre brut s'altère à une température beaucoup plus basse : 115° à 120°.

— Chauffé au rouge, au contact de l'air, il dégage de l'eau, des gaz de nature très complexe, et laisse un charbon qui finit par brûler et disparaître complètement.

— Le sucre ***dévie à droite le plan de polarisation, son pouvoir rotatoire est de*** 73° 8 ; il ne varié pas sensiblement avec la température et la durée de la dissolution.

— Les acides étendus et une ébullition très prolongée le transforment en ***sucre interverti*** possédant de nouvelles propriétés et déviant de 38° à gauche les rayons de la lumière polarisée.

SUCRE INCRISTALLISABLE.

Le sucre désigné dans les analyses, sous le nom de *sucre incristallisable*, est le *sucre interverti* provenant du sucre cristallisable modifié par l'action de différents agénts, ou préexistant dans la plante saccharifère.

— Il est formé de deux autres sucres mélangés à équivalents égaux :

1° *Le Glucose* qui peut former une cristallisation confuse sous forme de choux-fleurs et qui dévie la lumière polarisée de 56° *à droite.*

2° Le *Lévulose*, qui est complètement incristallisable ; son pouvoir rotatoire est de 106° *à gauche* à 15° c, et il diminue rapidement à mesure que la température s'élève.

Le pouvoir rotatoire du sucre interverti est la moyenne de ceux des deux sucres qui le composent ; il varie par suite avec la température. Mais dans les sucres exotiques et dans la mélasse, le sucre interverti a un pouvoir rotatoire différent, et le plus souvent l'expérience montre qu'il est à peu près nul, on peut le comprendre en sachant que la chaleur détruit beaucoup plus facilement le lévulose que le glucose, et qu'il reste après le travail, pour sucre interverti, un mélange dans lequel les proportions du glucose et du lévulose sont telles que leur pouvoir rotatoire s'annule ou à peu près.

— Le sucre interverti, que nous continuerons à appeler sucre incristallisable, possède un grand pouvoir réducteur, si on le fait bouillir avec la dissolution de certains sels métalliques, il enlève la totalité ou une partie de l'oxygène combiné au métal : c'est sur cette propriété réductive qu'est fondée son analyse.

CENDRES ET MATIÈRES INDÉTERMINÉES.

Cendres. — Les *cendres* résultant de la calcination d'un sucre brut sont formées par les *sels* qui proviennent de la betterave et de la canne, ou par la chaux introduite dans le travail de la sucrerie.

Les remarquables travaux de M. Dubrunfaut ont montré que le dosage de ces sels est très important, car ils forment presque tous, avec le sucre des composés déliquescents qui restent dans la mélasse. Le sucre combiné avec eux est toujours du sucre cristallisable, mais ce n'est plus du sucre extractible.

— Les sels sont de nature très variable, suivant la provenance du sucre : ce sont des sels minéraux ou organiques à base de potasse, de soude, de chaux, de magnésie ; ils retiennent chacun des proportions différentes de sucre ; ainsi les sels minéraux paraissent être plus nuisibles que les sels organiques, et la mélasse contenue dans les sucres bruts renferme surtout des sels minéraux, tandis que la mélasse de sucrerie retient les sels organiques presque complètement incristallisables.

Le chlorure de sodium se combine avec 5,70 fois son poids de sucre, le chlorure de potassium avec 4 fois son poids, et de plus, d'après M. Payen, les composés formés retiennent toujours de l'eau saturée de sucre.

— Des expériences très nombreuses et très suivies sur les mélasses de raffinerie ont fait admettre pour l'achat des sucres bruts que 1 de cendre retient 5 de sucre. Dans le travail de la mélasse de sucrerie, M. Dubrunfaut donne 3,73 comme coefficient salin.

Matières indéterminées — Le sucre brut contient enfin de l'eau et des substances colorantes, grasses, albumineuses, qui présentent plusieurs inconvénients dans la raffinerie, mais dont on ne tient pas compte dans l'achat des sucres.

Quelques-unes de ces substances jouissent du pouvoir rotatoire, mais dans les sucres elles sont en trop petite quantité pour qu'il soit nécessaire de s'en préoccuper dans l'analyse. Ainsi l'expérience a montré que leur pouvoir rotatoire était inappréciable pour les sucres formant les types actuellement dans le commerce.

CHAPITRE II.

ANALYSE DES SUCRES BRUTS.

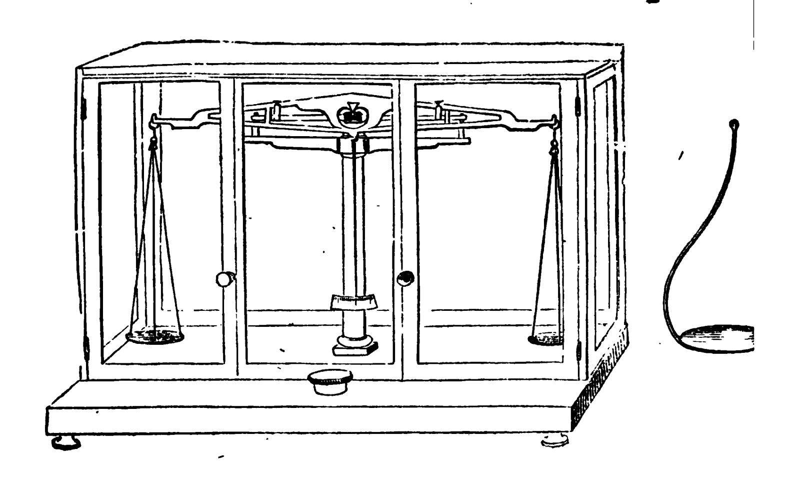
Pour faire une ou plusieurs analyses le plus rapidement possible, on commence par les pesées nécessaires à la détermination de l'eau et des cendres. Pendant

que le sucre sèche, puis calcine, on dose le sucre cristallisable.

— La dessication et l'incinération se font dans des capsules en platine. Comme le plus souvent on a à faire plusieurs analyses à la fois, il est nécessaire d'avoir plusieurs capsules qu'on distingue les unes des autres par une lettre ou par un signe quelconque gravé sur la capsule ; on emploie généralement des capsules rondes à fond plat de

55mm à 60mm de diamètre supérieur.
22,5 à 25 de hauteur.

Une balance très commode pour les pesées est celle construite par M. Deleuil, et qui, en portant 300 gr. dans chaque plateau, est sensible au demi-milligramme.



En y remplaçant les plateaux avec fils de platine par d'autres plateaux en cuivre d'une plus grande dimension, avec un seul étrier rigide, on facilite beaucoup les mouvements de la main, et les pesées exigent très peu de temps. Le plateau en cuivre pèse environ 50 à 55 gr.; la capsule, 20 à 25 gr., et avec le poids de sucre qu'on pèse habituellement, on est loin d'arriver à la charge maxima de 300 gr. Aussi en employant les précautions voulues, en retirant les plateaux lorsque les analyses sont terminées, on peut se servir très longtemps de cette balance sans qu'elle ait besoin de réparation.

— On se servira avec avantage, dans ces pesées, au moins pour les fractions du centigramme, de poids en *aluminium* qui se manient plus facilement que les poids en *platine*, et qu'on a moins de chance de perdre ou de briser.

— Enfin, on aura soin de placer dans la cage de la balance un verre contenant du chlorure de calcium desséché.

DOSAGE DE L'EAU.

Le dosage de l'eau est très simple : on pèse un certain poids de sucre, on le fait sécher, on le pèse de nouveau, et la perte de poids indique la quantité d'eau contenue dans le sucre. On opère généralement sur 5 grammes de sucre.

Voici comment on peut faire les pesées :

On commence par établir pour chaque capsule une

tare correspondante ; pour cela, on met sur le plateau droit de la balance :

La capsule,

Un poids de 5 grammes,

Et 2 ou 3 centigrammes.

Sur le plateau gauche, avec le bouchon qui la fermera, une petite bouteille portant le signe de la capsule, et dans laquelle on met de la grenaille de plomb jusqu'à équilibre ; on ferme la bouteille qui sert indéfiniment de tare ; il n'y a que le poids N de 2 ou 3 centigr. qui varie un peu par suite de l'usure de la capsule, mais on a soin de le noter à chaque analyse.

Pour peser les 5 gr. de sucre, on enlève le poids de 5 gr., et on met dans la capsule, au moyen d'une spatule en os, le sucre à analyser jusqu'à ce que l'équilibre soit rétabli : on a alors exactement 5 gr. de sucre dans la capsule.

C'est la méthode des doubles pesées, dont l'exactitude est toujours rigoureuse et qui ne demande qu'une balance sensible.

— Dans cette première partie de l'analyse, il y a deux précautions à prendre :

1° Avant chaque pesée il ne suffit pas de laver et d'essuyer la capsule, il faut la faire sécher un moment dans l'étuve ou mieux dans la moufle ; sans cette précaution on peut commettre des erreurs de 2 à 3 mill. sur la tare, et une erreur de 2 mill. sur la tare entraînerait une erreur d'environ 0 fr. 20 par sac de 100 kil.

2° En prenant les 5 gr. de sucre on doit bien mélanger tout l'échantillon : si le sucre a voyagé dans des boites et surtout s'il est impur, il se purge et la partie supérieure est plus riche que la partie inférieure qui renferme presque toute la mélasse et par suite presque toutes les impuretés.

Si l'air est très sec, il est prudent d'enlever toute la partie de l'échantillon qui, en contact avec l'air, a pu perdre une partie de son humidité.

Enfin, on écrase et on mélange avec le reste du sucre les parties agglomérées qui peuvent s'y trouver.

— On porte la capsule contenant les 5 gr. de sucre dans une étuve chauffée de 100 à 105 degrés. Au bout de trois quarts d'heure à une heure, la dessication est terminée.

Le temps nécessaire à l'évaporation de l'eau pouvant varier avec le tirage de l'étuve, il est bon de le déterminer pour chaque étuve. Pour cela, au moyen de plusieurs expériences, on note le temps après lequel deux pesées successives, à un quart d'heure d'intervalle, donnent le même résultat.

On peut employer l'étuve du docteur Coulier ou un simple bain de sable couvert, chauffé au moyen d'une grille à gaz.

Un thermomètre à mercure indique la température qu'on règle en faisant varier l'entrée du gaz et le tirage de l'étuve.

Les grandes étuves en tôle, à bain de sable et à deux ou trois compartiments sont beaucoup plus avanta-

geuses, car on peut obtenir à la fois plusieurs températures très constantes en raison même de la grandeur de l'étuve.

— La dessication terminée, on laisse refroidir le sucre sous une cloche dont l'air est maintenu sec au moyen de chlorure de calcium ; sans cette précaution le sucre en refroidissant reprend assez rapidement une nouvelle quantité d'eau d'autant plus grande qu'il est plus chargé de sels hygroscopiques. — Le sucre refroidi, on le porte sur le plateau de la balance ; en raison de l'eau qui s'est évaporée, l'équilibre n'existe plus ; il faut pour le rétablir ajouter à côté de la capsule un certain poids qui est exactement celui de l'eau contenue dans les 5 gr. et disparue par évaporation.

— Si, dans la pesée du sucre encore humide, N était le poids qu'on avait mis sur le plateau pour l'équilibre ; si N' est le poids pour l'équilibre dans la pesée du sucre sec ; N' — N représente l'eau contenue dans les 5 gr. (N' N) × 20 donne la proportion d'eau pour cent.

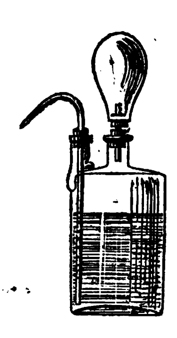
DOSAGE DES CENDRES.

Les 5 gr. de sucre qui ont servi à la détermination de l'eau, vont servir au dosage des cendres.

La méthode d'incinération généralement employée est celle du docteur Scheibler, qui consiste à additionner le sucre d'*acide sulfurique* pour transformer

en *sulfates* les sels du sucre, qui sont la plupart décomposables par la châleur.

— On humecte facilement le sucre d'acide sulfurique, au moyen d'une pipette ou du flacon ci-dessous :



Il est à deux tubulures. Celle du milieu est fermée par un bouchon en caoutchouc traversé par un tube qui fait communiquer la partie supérieure du flacon avec une poire en caoutchouc. Dans l'autre tubulure est fixé un bouchon dans lequel passe un tube recourbé et effilé qui descend jusque dans le bas du flacon.

En pressant légèrement avec la main la poire en caoutchouc, la pression de l'air fait sortir l'acide sulfurique goutte à goutte ou en un mince filet, par le tube, sous la partie effilée duquel on tient la capsule contenant le sucre.

Une fois le sucre bien humecté dans toute sa masse, on porte la capsule, au moyen d'une pince à creuset dans un fourneau à moufle chauffé au rouge sombre.

On a soin de ne lâcher la capsule que lorsque le boursouflement s'est complétement produit, afin de pouvoir rapidement retirer la capsule de la moufle si le sucre vient à déborder.

Au bout d'un certain temps qui varie d'une demi-heure à une heure, la calcination est achevée : on ne voit plus dans la capsule au rouge aucun point brillant ; quand la capsule est refroidie, il ne doit y rester qu'une matière pulvérulente blanche, quelquefois légèrement rosée, sans aucun point noir.

Avant de retirer la capsule on a soin d'élever pendant quelques instants la température au rouge vif pour ramener à l'état de sulfates les bisulfates qui peuvent être formés. (Leur dissolution dans l'eau doit avoir une réaction neutre.)

— Pour activer la combustion on peut remuer de temps en temps les cendres avec un fil de platine, afin que le charbon du sucre soit toujours en contact avec l'air.

— Si on voit des points brillants persister trop longtemps au milieu des cendres, il est prudent d'ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique, pour transformer en sulfates les sulfures qui pourraient provenir de la décomposition de ces sulfates par le charbon. Ce cas se produit surtout lorsqu'au commencement de l'opération on élève trop la température : alors

les sels en fondant englobent des particules de charbon qui, n'étant plus en contact avec l'air, prennent pour brûler l'oxygène des sulfates.

— Une température trop élevée au commencement de l'opération peut encore occasionner des erreurs à cause des projections qui se produisent. Le boursouflement, il est vrai, est moins considérable si on place la capsule dans la moufle au rouge vif, mais il faut alors retirer la capsule et abaisser la température dès que le charbon commence à brûler.

— L'incinération terminée, on porte la capsule refroidie sur le plateau de la balance ; on ôte les N' milligrammes, on remet le poids de 5 gr. et il faut, pour l'équilibre, ajouter un poids *n*, de milligrammes toujours plus petit que N (1).

N—*n* représente le poids des cendres sulfatées contenues dans les cinq grammes de sucre.

(N—*n*) × 20 donnera le poids des cendres sulfatées contenues dans 100 gr.

— Pour passer de ce poids au poids réel des cendres on multiplie (N—*n*) × 20 par le coefficient 0,9.

Ce coefficient, assez bien vérifié par l'expérience, a pour but de compenser l'excès de poids produit en substituant aux acides des cendres du sucre brut

(1) On a mis le poids de N milligrammes en faisant la tare de la capsule, afin de n'avoir pas pour chaque opération à remplacer le poids de 5 gr. par 4 gr. plus une fraction de gramme.

l'acide sulfurique dont l'équivalent est plus fort.

— Pour être bien sûr de l'exactitude de son résultat, on peut verser quelques gouttes d'eau sur les cendres dans la capsule ; les cendres se dissolvent, et l'on voit alors nettement s'il est resté du charbon englobé dans les sels. S'il en est resté une proportion assez notable pour influencer le résultat, on fait évaporer l'eau ajoutée et on continue la calcination.

On voit de la même manière s'il n'y a pas dans les cendres un gravier ou un corps quelconque, non combustible, qui se serait trouvé par hasard dans l'échantillon et qui ferait obtenir un résultat complétement erroné. Dans ce cas on recommence la calcination sur un nouveau poids de l'échantillon.

Dosage des matières insolubles.

Si on continue à trouver un poids appréciable de substances insolubles, on peut avoir intérêt à le déterminer, car ces substances n'ayant pas d'influence sur le rendement du sucre brut au raffinage, on pourra retrancher leur poids du poids total des cendres qu'on multipliera par le cofficient 5 ou par tout autre coefficient adopté. Rien n'est plus simple que de doser cette partie insoluble.

Dans la capsule même qui a servi à la calcination, on dissout les sels dans de l'eau distillée, on fait au besoin un peu chauffer, et on jette la dissolution sur

un petit filtre dont on a déterminé le poids après l'avoir fait sécher; on lave le filtre à deux ou trois reprises avec de l'eau distillée : les matières insolubles restent sur le filtre; on le fait sécher à l'étuve, on le pèse, et l'augmentatien de poids donne la quantité des matières insolubles.

On pourrait, plus simplement encore mais moins exactement, opérer de la manière suivante :

On verse de l'eau distillée dans la capsule contenant les cendres, la partie insoluble, après quelques instants, se réunit au fond de la capsule; on décante; on recommence deux ou trois fois le même lavage; on chauffe quelques instants dans la moufle la capsule ne contenant plus que les matières insolubles, et on pèse. Si *n'* est le poids qu'il faut ajouter pour l'équilibre, N—*n'* indique la quantité de matières insolubles.

Dosage de la chaux.

Si on désire connaître la quantité de chaux contenue dans les cendres, voici comment on opère :

On calcine, en une ou deux fois, au moins 10 gr. de sucre, sans employer d'acide sulfurique; on dissout les cendres obtenues dans de l'eau distillée, acidulée au besoin avec quelques gouttes d'acide chlorhydrique. — S'il y a des matières insolubles, on filtre pour les séparer. — On traite le liquide filtré par de l'ammoniaque pour neutraliser l'acide employé, puis dans la

liqueur rendue alcaline, on verse une dissolution d'oxalate d'ammoniaque jusqu'à ce qu'il ne se forme plus de precipité par l'action du réactif : toute la chaux se précipite à l'état d'oxalate de chaux. On laisse le précipité se déposer pendant quelques heures dans un endroit chaud, puis on le verse sur un petit filtre en papier Bezélius, dont on connait le poids des cendres. On lave bien le précipité avec de l'eau chaude et on porte le filtre dans l'étuve où on le dessèche complétement.

Quand il est desséché, on le met dans une capsule ou un creuset en platine qu'on chauffe environ pendant un quart d'heure au rouge vif (au rouge blanc si on peut obtenir cette température), au moyen d'un chalumeau à gaz ou de la moufle qui sert à la calcination des sucres.

L'oxalate de chaux se transforme facilement en chaux pure. Le poids de chaux ainsi obtenu, après qu'on en a retranché le poids des cendres du filtre, donne le poids de la chaux contenue dans les cendres et par suite dans le sucre.

Pour être certain du résultat trouvé, on chauffe une seconde fois la chaux au rouge vif pour voir s'il ne se produit pas une nouvelle perte de poids, ce qui indiquerait qu'une partie de la chaux était encore à l'état de carbonate.

Si tout l'oxalate a été transformé en chaux pure, la chaux obtenue doit se dissoudre sans effervescence dans l'acide chlorhydrique.

Four à moufle. — Pour l'incinération des sucres, on se sert du four à moufle construit par M. Wiesnegg, et qui réalise bien les conditions voulues ; on obtient facilement le rouge sombre qui est la température à laquelle on doit se tenir pendant la calcination.

La moufle peut contenir à la fois 4 capsules ayant les dimensions indiquées. Le four se chauffe au gaz, mais pour les laboratoires qui n'ont pas de gaz, M. Wiesnegg a construit une lampe à vapeur d'alcool avec laquelle on porte facilement la moufle au rouge ; seulement le chauffage demande plus de soin et est beaucoup plus dispendieux.

Pour avoir un tirage (très-faible, il est vrai) dans la moufle même, on pratique, dans le fond, des trous un peu plus haut que la partie supérieure des capsules ; il est encore préférable de les percer dans l'angle du fond et de la surface demi-cylindrique ; jamais dans le dessus, à cause des matières étrangères qui pourraient tomber dans les capsules.

— Avoir soin, avant de se servir d'une moufle, de la frotter fortement dans l'intérieur avec une brosse ou une lime très-fine, afin de faire tomber les poussières qui pourraient se détacher de la terre pendant la calcination,

— Enfin, placer les fours sous une hotte ou une cheminée produisant un fort tirage, pour entraîner au dehors les vapeurs acides qui se dégagent au commencement de la calcination, et qui sont plus que désagréables.

— Si on a soin de prendre toutes les précautions que nous venons d'indiquer, pour un sucre homogène, plusieurs analyses donneront toujours le même résultat.

Lorsqu'on n'a pas de four à moufle, et qu'on veut opérer la calcination sur un bec à gaz, on doit avoir soin de vérifier la tare de la capsule immédiatement après la pesée des cendres, afin, s'il y a lieu, de tenir compte de la perte de poids qu'a pu faire subir à la capsule l'action du gaz sur le platine.

DOSAGE DU SUCRE CRISTALLISABLE.

La détermination du sucre cristallisable est une opération qui se fait tout-à-fait à part des deux précédentes ; elle est basée sur une propriété optique du sucre qu'on trouve inutile d'exposer ici ; on ne parlera pas davantage de la théorie du saccharimètre, renvoyant le lecteur aux traités de physique ou aux brochures spéciales sur cet appareil.

C'est à M. Clerget, s'appuyant sur les travaux de Biot, que l'on doit la saccharimétrie optique telle qu'on l'emploie aujourd'hui. Le saccharimètre a été construit par M. Soleil, puis simplifié, perfectionné, rendu tout à-fait pratique par son successeur M. J. Duboscq.

— Pour déterminer la richesse d'un sucre brut en sucre cristallisable, il faut préparer une dissolution de ce sucre dans l'eau, dissolution qui soit bien trans-

parente, et dans laquelle l'eau et le sucre soient dans un rapport déterminé ; puis ensuite regarder cette dissolution au saccharimètre.

Préparation de la dissolution sucrée. — On pèse 16 gr. 350 du sucre brut à analyser ; on a pour cela uue capsule en cuivre étamé et un poids rectangulaire de 16 gr. 35 qu'on trouve dans la boîte du saccharimètre. Une fois le sucre pesé (1), on le verse dans un verre à expérience, en faisant tomber avec une plume les parties adhérant à la capsule. On ajoute 40 à 50 cmc. d'eau ordinaire, et on fait dissoudre le sucre en remuant avec un agitateur pour écraser les gros cristaux ou les parties agglomérées.

On peut faire dissoudre le sucre dans l'eau chaude ; la dissolution se fait beaucoup plus rapidement, mais on doit, avant de continuer l'opération, laisser revenir le liquide sucré à la température ordinaire.

— Quand tout le sucre est dissous, on ajoute, suivant la coloration du liquide, 2 ou 3 cmc. d'une dissolution saturée de *sous-acétate de plomb*. Le plomb forme avec les matières organiques, autres que le sucre, un précipité qui se dépose plus ou moins rapidement.

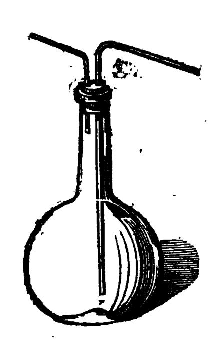
(1) Il est inutile de faire la pesée du sucre avec une grande exactitude, car une erreur de 1 centig. sur la pesée n'occasionne au plus qu'une erreur de 0,06 % sur le résultat.

— On agite, et on verse, avec beaucoup de soin, le mélange dans un petit ballon jaugé de 100 cmc.

— On complète les 100 cmc. en lavant le verre et l'agitateur avec de l'eau qu'on lance dans le verre au moyen d'une pissette (2), et en versant dans le ballon les eaux de lavage qui doivent finir par être très-claires.

— Enfin, quand on a les 100 cmc., on mélange bien tout le liquide en agitant le ballon, dont on tient le col bouché avec le pouce ; on verse sur un filtre, et on reçoit dans un verre la solution sucrée, qu'on regardera au saccharimètre.

(2) Une *pissette* se compose d'un ballon de 1 litre environ fermé par un bouchon, dans lequel passent deux tubes recourbés ; l'un s'arrête au-dessous du bouchon, l'autre, effilé à la partie supérieure, descend au fond du ballon ; si on souffle par le premier de ces tubes, l'air comprimé chasse l'eau par l'ouverture effilée du second.



Remarques. — Quand on remplit le flacon de 100 cmc., il est inutile de dire qu'on doit bien faire attention à ce qu'aucune goutte du liquide ne soit perdue, on pourrait ainsi avoir de graves erreurs au résultat. Quelques personnes préfèrent verser immédiatement le sucre dans le flacon de 100 cmc. au moyen d'un entonnoir dont on casse le bec à la base ; il faut alors nettoyer à chaque fois l'entonnoir avec un jet d'eau ; la dissolution s'opère moins rapidement, et lorsqu'on analyse plusieurs sucres en même temps, on a plus tôt fait de verser le sucre dans un verre.

— Il faut éviter de laisser des bulles d'air sur les parois du ballon, et, en versant le liquide, incliner le col du ballon pour ne pas faire de la mousse qui empêcherait de bien voir où s'arrête le niveau du liquide. Si, par hasard, il s'en formait, on la ferait disparaître très-facilement en laissant tomber dans le col une goutte d'alcool absolu.

— Voici comment on mesure exactement les 100 cmc. dans le ballon jaugé, et il est très-important de bien prendre le volume, car une erreur de 1 cmc. en plus ou en moins entraînerait une erreur de 1 % dans le sucre. Un liquide, placé dans un tube, dont il mouille les parois, s'élève, par l'effet de l'attraction moléculaire, le long de ces parois, de façon que sa surface affecte une forme concave dont on apprécie facilement le point le plus bas avec exactitude. Les flacons de 100 cmc. sont jaugés de manière que, lorsqu'on a versé exactement les 100 cmc., si on tient

le flacon, le trait de jauge à la hauteur de l'œil, le bas du ménisque se trouve dans le plan passant par l'œil et par le trait de jauge.

Cette coïncidence est quelquefois difficile à apprécier, mais il y a un moyen très-simple de ne pas se tromper : on colle bout à bout une feuille de papier noir sur une feuille de papier blanc, on fixe sur un mur le tableau ainsi formé, de manière à ce qu'il soit bien éclairé, le noir étant en dessous. Si on place la ligne de séparation du noir et du blanc en dessous et à 2 ou 3 millim. de distance du point inférieur de la surface du ménisque, celle-ci, par réflexion, se dessine noire sur le fond de papier blanc, on voit très-nettement la courbe qu'elle produit et on apprécie ainsi très-exactement la coïncidence (1).

— Il peut se présenter des cas où le sous-acétate de plomb clarifie mal le liquide sucré :

1° L'addition de sous-acétate peut ne pas donner de précipité; si alors on filtrait, le liquide passerait très-difficilement et assez trouble pour ne pas pouvoir être regardé au saccharimètre, dans ce cas on verse dans le verre quelques gouttes d'une solution saturée de *sulfate de soude*, il se forme immédiatement un précipité abondant de sulfate de plomb, le liquide peut alors facilement filtrer, et le titre du sucre n'est pas

(1) C'est surtout dans la mesure des volumes au moyen des burettes, qu'il est utile de faire les lectures de la manière qu'on vient d'indiquer.

altéré par cette légère addition qui ne peut avoir d'autre inconvénient que celui de donner une faible coloration pour les sucres de basse nuance.

Pour préparer la solution de sulfate de soude, on dissout à la température ordinaire, ou mieux de 30° à 32°, 200 gr. de sulfate de soude dans 1 litre d'eau distillée.

Ce sel a pour effet de former avec le plomb en excès, un précipité très-lourd qui se sépare rapidement en clarifiant la liqueur.

Le même résultat peut être obtenu avec une dissolution de *tannin*, qui forme aussi avec le plomb un précipité très-volumineux ; de plus, le tannin est lui-même un bon clarifiant. Il ne faut pas préparer à la fois un trop grand volume de la dissolution de tannin, car elle s'altère à l'air. — On en dissout 15 à 20 gr. dans 100 cmc. d'eau additionnée de 20 à 25 cmc. d'alcool.

On emploiera de préférence la dissolution de tannin pour les sucres dans lesquels on n'aura pas à chercher le sucre incristallisable, mais pour les autres, il faudra se servir du sulfate de soude, car dans la détermination du sucre incristallisable, le tannin en excès agirait sur la liqueur cuivrique et fausserait complètement le résultat.

2° D'autres fois, le liquide filtre en conservant un certain louche dû à des sels de plomb qui passent avec le liquide à travers le filtre; il suffit alors, le plus souvent, pour rendre le liquide clair, d'y plonger un

agitateur mouillé avec de l'*acide acétique concentré*.

L'acide dissout immédiatement les sels de plomb et le liquide reprend sa transparence. La petite goutte d'acide ainsi ajoutée, après que le volume des 100 cmc. a été mesuré, n'a pas de résultat appréciable au saccharimètre.

3° Le liquide peut filtrer clair, mais trop coloré pour qu'au saccharimètre on puisse arriver à la teinte sensible. Dans ce cas, on le décolore avec du noir d'os pulvérisé.

On en met dans un verre à pied 8 à 10 cmc. qu'on délaie avec 16 à 20 cmc. du liquide clarifié à décolorer; on jette cette bouillie sur le filtre, il passe un liquide bien décoloré, mais qu'il ne faudrait pas regarder au saccharimètre, car, le noir ayant la propriété d'absorber une certaine quantité de sucre, on trouverait un résultat beaucoup trop faible.

On laisse donc égoutter, on chasse le liquide qui reste dans le noir avec quelques centimètres cubes de la disssolution clarifiée, et enfin, on en verse sur le noir, qui n'absorbera plus de sucre, 30 à 40 cmc., qu'on regardera au saccharimètre, après les avoir fait passer 2 ou 3 fois sur le filtre si cela est nécessaire.

Manipulation du saccharimètre. — La dissolution sucrée obtenue d'une manière ou d'une autre, il faut la regarder au saccharimètre assez promptement, pour que l'évaporation du liquide dans le verre ne change pas le rapport de l'eau et du sucre, et par suite ne fasse pas trouver un résultat trop fort.

On met la dissolution dans un des tubes du saccharimètre. Ce sont des tubes longs de 20 cm. en cuivre. Ils sont fermés aux deux extrémités par de petits disques en verre maintenus à l'aide de viroles *P* en cuivre qui se vissent sur le tube.

Pour remplir le tube, on dévisse une des viroles, on lave l'intérieur du tube à deux ou trois reprises avec la solution à regarder, et on le remplit doucement de manière à n'avoir pas de bulles; on laisse déborder le liquide, on glisse sur le tube le disque en verre, de manière à ce qu'il ne reste pas d'air, et on visse la virole sans trop presser la plaque: comprimée, elle acquerrait la propriété de prendre des teintes altérant le résultat de l'analyse.

— Il y a avec le saccharimètre 3 tubes de 20 cmc., deux servent aux dissolutions sucrées, le troisième est toujours rempli avec l'eau qu'on emploie pour dissoudre le sucre brut.

— Au point de vue de la manipulation, le saccharimètre se compose d'un tube formé de trois parties, dont deux fixes comprenant les extrémités de A à B et de C à D, et d'un autre mobile, qui est le tube dont nous venons de parler, et qu'on insère entre B et C.

Les parties mobiles sur lesquelles l'opérateur doit agir sont :

1° Le petit tube mobile ou porte oculaire D'D, contre lequel il applique l'œil, et qu'il enfonce ou retire jusqu'à ce qu'il réussisse à voir distinctement à travers le liquide.

2° Le grand bouton horizontal H, par lequel on rend uniforme la teinte observée.

3° L'anneau molleté B, à l'aide duquel on donne à cette même teinte la couleur qui se prête le mieux à une évaluation précise.

4° La règle divisée RR' et l'indicateur I mus tous deux par le bouton H.

5° Le petit bouton vertical V qui sert à régler l'instrument, c'est-à-dire à faire coïncider le 0 de l'échelle avec le 0 de l'indicateur.

— Pour opérer avec plus de facilité et de précision, on met le saccharimètre dans une chambre noire. La lumière qui doit traverser l'instrument est obtenue au moyen d'une lampe ou d'un bec de gaz à flamme bien fixe qu'on enferme dans un capuchon en tôle percé d'un trou en regard de la partie la plus éclairante de la flamme.

Pour lire sur l'échelle, on a un autre bec de gaz qu'on ouvre ou qu'on ferme à volonté au moyen d'un robinet placé à portée de la main.

Détermination du O. — On ouvre convenablement le bec de gaz placé dans le capuchon, on baisse celui qui éclaire l'échelle, on place le saccharimètre de manière que la lumière traverse l'axe de l'instrument et on met le tube à eau à la place qui lui est réservée entre B et C.

Puis, appliquant l'œil en D, on enfonce ou on retire le tube mobile DD', jusqu'à ce qu'on voie distinctement un disque partagé en deux moitiés égales, colo-

rées d'une même teinte ou de deux teintes différentes et séparées l'une de l'autre par une ligne noire qui doit apparaître bien tranchée et bien nette.

Si, comme cela arrive en général, les deux demi-disques n'ont pas la même teinte ou nuance, on tourne le bouton horizontal H, soit dans un sens, soit dans l'autre, jusqu'à ce que les teintes des deux demi-disques soient parfaitement identiques, et que l'œil ne puisse discerner entre elles aucune différence.

Mais il ne suffit pas que les deux demi-disques aient la même teinte, il faut, pour que l'opération ait tout le degré d'exactitude possible, que cette teinte uniforme soit la plus *sensible*. Cette *teinte sensible* n'est pas la même pour tous les yeux ; voici comment chacun reconnaîtra celle qui est propre à son œil et avec laquelle il devra toujours opérer.

Si, en même temps qu'on applique l'œil contre l'ouverture D, on fait tourner l'anneau molleté B, on voit que la couleur du disque change sans cesse et ne redevient la même qu'après un demi-tour. Admettons que partant d'une teinte orange identique sur les deux demi-disques, on fasse tourner très doucement l'anneau molleté dans le même sens ; on fait succéder le vert à l'oranger, le bleu au vert, l'indigo au bleu, enfin le violet et le rouge à l'indigo. En regardant attentivement, on rencontre une certaine nuance pour laquelle l'uniformité de teinte établie primitivement pour le jaune rouge n'existe plus : on voit une différence qu'on n'avait pas saisie d'abord. La même

épreuve, répétée plusieurs fois et à des jours différents, avec une même lumière, permet de constater que la nuance qui présente une différence là, où avec une autre couleur on voyait l'égalité de teinte, est toujours la même. Or cette teinte est pour l'observateur la teinte *la plus sensible* : il devra prendre toujours son pointé sur elle.

Quand le saccharimètre est éclairé avec un bec de gaz, la teinte sensible est, pour un très grand nombre d'observateurs, une nuance *vert rosé* qui jouit de cette propriété que, si on fait tourner infiniment peu l'anneau B, l'un des demi-disques passe immédiatement au rouge et l'autre au vert (1).

Pour certaines personnes, la teinte la plus sensible est une autre couleur, quelquefois même une couleur brillante.

— Cela posé, l'observateur ayant obtenu deux demi-disques colorés très uniformément de la teinte qu'il a reconnue comme sa teinte sensible, regardera si sur la règle divisée, le trait 0 coïncide exactement avec le trait de l'indicateur I ; si la coïncidence n'est pas parfaite, il l'établira en faisant tourner, soit de haut en bas, soit de bas en haut, le petit bouton vertical V.

L'instrument étant ainsi parfaitement réglé, on substitue au tube à eau le tube rempli de la dissolu-

(1) Dans les premiers appareils de M. Biot, en opérant avec la lumière du ciel, la teinte sensible était le bleu violacé.

tution sucrée. L'uniformité de teinte n'existe plus, on la rétablit en faisant tourner le grand bouton horizontal H, jusqu'à ce que les deux nuances des deux demi-disques soient identiques.

Comme la solution sucrée est le plus souvent un peu colorée, la teinte uniforme rétablie n'est pas en général la teinte sensible à laquelle on doit cependant revenir. On fera donc tourner aussi le bouton B pour ramener la teinte sensible. Cette teinte revenue, l'égalité des nuances, que l'on avait cru établie, pourra n'être plus parfaite, et il faudra faire encore une fois tourner le bouton H pour qu'elle soit absolue.

Arrivé à ce point. l'observateur regarde sur la règle divisée RR' à quel trait de l'échelle correspond le trait de l'indicateur, celle des divisions qu'il indique : *Le nombre correspondant à cette division donne immédiatement en centièmes le titre ou la richesse en sucre cristallisable du sucre brut analysé.*

Remarques. — Si avec le saccharimètre on veut arriver à une grande exactitude, il faut bien tenir compte des recommandations suivantes :

1° Opérer dans l'obscurité et éclairer la dissolution avec une lumière brillante et surtout bien fixe;

2° Tenir toujours l'œil exactement dans l'axe de l'appareil : si on incline l'œil, soit à droite, soit à gauche, on voit changer immédiatement les nuances des deux demi-disques;

3° Bien mettre au point, c'est-à-dire enfoncer ou retirer le tube mobile DD' jusqu'à ce qu'on voie dis-

tinctement la raie noire qui sépare les deux demi-disques ;

4° Ne faire les opérations qu'avec la teinte sensible ;

5° Pour chaque expérience, regarder si le 0 de l'indicateur correspond au 0 de l'échelle. Si on ne veut pas à chaque fois ramener la coïncidence, on note la division de l'échelle qui correspond au trait de l'indicateur, et alors, dans la lecture de la solution sucrée, on *ajoute* au nombre de divisions trouvé, ou on en *retranche* le nombre de divisions obtenues avec l'eau, *à droite* ou *à gauche* du 0 de l'échelle ;

6° Regarder à deux ou trois reprises, et à quelques secondes d'intervalle, si, en établissant la coïncidence, on retrouve toujours la même division de l'échelle ;

7° Si on arrive difficilement à la coïncidence ; si on croit trouver la coïncidence à des divisions différentes ; si enfin l'œil semble fatigué, ne pas s'obstiner à regarder, mais laisser reposer l'œil quelques minutes avant une nouvelle observation.

8° Lire les divisions de l'échelle, qui doit être bien éclairée, avec une loupe et en tenant l'œil bien vis-à-vis le trait de l'indicateur.

9° De temps en temps vérifier l'exactitude de son saccharimètre et la sensibilité de son œil. Pour cela, on dissout dans 100 cent. cubes d'eau, 16,350 ou 8 gr. 175 de sucre raffiné, sec et bien pur, et on voit si, au saccharimètre, on arrive exactement à la divi-

sion 100 dans le premier cas, 50 dans le deuxième cas.

— Avec une dissolution bien préparée, en prenant toutes les précautions indiquées, l'habitude permet de répondre de son résultat, au moins à 1/2 centième près.

MATIÈRES INDÉTERMINÉES.

Lorsqu'on a ainsi obtenu le poids du sucre cristallisable, de l'eau et des cendres contenus dans 100 gr. de sucre, on calcule par différence le poids des matières indéterminées.

Remarque.— Il y a entre les cendres et les matières organiques indéterminées, un certain rapport qui, bien que très peu constant, est utile à connaître.

Pour des sucres à grains fins, depuis les nuances les plus basses jusqu'au n° 10, le rapport du poids des matières indéterminées au poids des cendres varie entre 1 et 1,5 ;

Du n° 10 au n° 15, de 1 à 0,8 ;

A partir du n° 15, de 0,8 à 0,5.

Pour les sucres blancs, le poids des matières indéterminées ne dépasse presque jamais 0,20 p. 100.

Ces nombres résultent de la comparaison de plusieurs milliers d'échantillons de sucre de betterave analysés depuis environ quatre ans.

Si les sucres sont à gros cristaux, bien formés, résistant sous la pression des doigts, le rapport peut

être plus faible ; si au contraire les sucres sont en petits cristaux mal définis, s'ils forment la pâte, s'ils ont une mauvaise odeur, le rapport peut être plus grand ; enfin, il varie entre des limites assez rapprochées, que l'habitude des sucres peut seule apprendre à bien apprécier. Et, lorsqu'en faisant la somme du sucre cristallisable, de l'eau et des cendres, on arrive à un poids de matières indéterminées sortant de ces limites, il est prudent de recommencer l'analyse (au moins la lecture saccharimétrique), pour voir si on n'a pas commis d'erreur, ou si le sucre ne contient pas du sucre incristallisable.

CHAPITRE III.

ANALYSE DES MÉLASSES.

On a à doser dans les mélasses :

Le *sucre cristallisable* ;

Le *sucre incristallisable* ;

Les *cendres*.

Rarement on détermine directement l'eau et les matières colorantes.

SUCRE CRISTALLISABLE.

La méthode de dosage est la même que pour les sucres, seulement, en raison de la coloration très-

foncée des mélasses, on est toujours obligé de décolorer avec du noir d'os le liquide déjà clarifié avec du sous-acétate de plomb. On opère sur 49 gr. 05, c'est-à-dire 3 × 16, 35 de mélasse, mais on dissout ce poids dans 300 cmc. d'eau : on est donc dans les mêmes conditions que pour le sucre brut.

— On pèse les 49 gr. 05 de mélasse dans une capsule ou dans un verre taré, on les délaye dans de l'eau chaude, et on verse la dissolution dans un ballon jaugé de 300 cmc., on lave bien la capsule ou le verre et on verse les eaux de lavage dans le ballon.

On laisse refroidir ; on clarifie avec 20 à 25 cmc. de sous-acétate de plomb ; on compléte les 300 cmc. en mettant de l'eau jusqu'à ce que le liquide affleure le trait de jauge ; on agite le ballon, en le bouchant avec la paume de la main, de manière à ce que le mélange se fasse bien, et on jette sur un filtre évasé. Il passe un liquide jaune qu'il faut décolorer avec du noir.

Pour cela, on en met dans un verre environ 80 cmc. qu'on délaye avec à peu près le même volume de noir fin. On jette cette bouillie sur un filtre aussi peu évasé que possible ; on laisse filtrer : il passe environ 40 à 45 cmc. de liquide ; on met encore sur le noir 80 à 90 cmc. du liquide clarifié ; on attend que le liquide soit complètement égoutté, et on met de côté tout le liquide ainsi filtré, dont le volume doit être au moins égal à celui du noir employé. — Nous avons dit, en

parlant du sucre brut, pourquoi il fallait opérer ainsi.

On jette enfin sur le filtre 60 à 100 cmc. de la dissolution clarifiée que l'on fait passer sur le noir jusqu'à décoloration suffisante, environ 4 à 5 fois.

Le liquide bien décoloré, on en remplit le tube du saccharimètre, et on fait la lecture comme dans le cas du sucre brut.

Seulement, il y a dans la mélasse du sucre interverti ayant *plus ou moins* d'action sur la lumière polarisée, mais le plus souvent tournant à gauche. Il peut y avoir aussi un ou plusieurs principes agissant sur la lumière dans le même sens que le sucre cristallisable; suivant donc que le mélange de ces substances tournerait à droite ou à gauche, on trouverait pour la mélasse un titre trop fort ou trop faible en sucre cristallisable ; pour avoir le titre exact, il faut faire une seconde opération qu'on appelle l'*inversion.*

Le plus souvent on arrive ainsi à un résultat très-peu différent de celui donné par la première lecture, et dans une usine, quand on veut suivre un travail ; qu'on a surtout besoin de rapports, on peut fort bien se dispenser de faire l'inversion.

Quoi qu'il en soit, voici comment on opère :

INVERSION.

Il est resté après la première observation 40 à

60 cmc. de dissolution clarifiée et décolorée (1).

On prend un ballon marqué sur le col de deux traits de jauge indiquant : le premier, une capacité de 50 cmc.; le second, une capacité de 55 cmc., de telle sorte que le volume compris entre les deux traits de jauge est le dixième du volume compris jusqu'au premier trait.

On verse la liqueur seulement jusqu'à la hauteur du premier trait, et on y ajoute jusqu'au niveau du second de l'acide chlorydrique pur et fumant, on agite pour que l'acide se mélange bien au liquide sucré, et on plonge un thermomètre dans le ballon qu'on place dans un bain-marie ou dans l'étuve qui sert à la dessication des sucres. A 68°, on arrête le chauffage, qui doit durer environ dix minutes. On laisse refroidir à l'air ou dans de l'eau froide; on retire le thermomètre; avec quelques gouttes d'eau on ramène au trait de jauge supérieur le niveau du liquide qui a été légèrement abaissé par l'évaporation; on agite et on filtre le liquide pour séparer le précipité de chlorure de plomb qui s'est formé. — On se sert alors du tube construit spécialement pour l'inversion. L'intérieur de ce tube est en verre, car le cuivre serait attaqué par la

(1) On ajoute au besoin les 20 cmc. qu'on avait mis dans le tube du saccharimètre, car il y a intérêt à faire passer sur le noir le moins de liquide possible pour que la décoloration soit plus promptement obtenue.

liqueur acide. Il est muni au milieu d'une tubulure verticale dans laquelle on place un thermomètre disposé de telle sorte que, par un mouvement de frottement de sa monture métallique sur la tubulure, on peut faire pénétrer le réservoir jusqu'au-dessus du rayon lumineux qui doit traverser le tube. — Ce tube a 22 cm. de longueur : l'excédant de 2 cm. sur le tube ordinaire servant à compenser l'effet produit par l'addition de l'acide.

On remplit le tube en versant le liquide par la tubulure centrale, et en inclinant le tube dans tous les sens pour faire sortir les bulles d'air ; enfin on le porte sur le saccharimètre.

— Sous l'action de l'acide chlorydrique, tout le sucre cristallisable qui tournait à droite a été converti en sucre interverti tournant à gauche, tandis que le sucre incristallisable et les autres principes n'ont pas été modifiés ; aussi l'égalité de teinte n'existe plus, et il faut pour la rétablir faire tourner le grand bouton horizontal H non plus de droite à gauche, mais de gauche à droite. Quand l'uniformité de la teinte, qui doit toujours être la teinte sensible, est rétablie, on voit à quelle division correspond le trait de l'indicateur, et l'on note cette division ainsi que la température *t* indiquée par le thermomètre au moment de l'observation.

Voici maintenant ce qui reste à faire pour obtenir définitivement le titre de la mélasse essayée. Le nombre de divisions B trouvé après l'inversion peut

être à droite ou à gauche du 0 de l'échelle. Le nombre A trouvé avant était toujours à gauche.

Si B a été trouvé à droite, on l'ajoute au nombre A.

Si B a été trouvé à gauche, on le retranche du nombre A.

Et on a ainsi un nouveau nombre C qui est une somme (A + B) ou une différence (A — B). Alors, dans une table spéciale construite par M. Clerget, on cherche, sous le chiffre correspondant à la température *t* de l'observation, en suivant la colonne verticale au-dessous de ce chiffre, le nombre qui s'approche le plus du nombre C, et suivant de l'œil la colonne horizontale de ce nombre on rencontre dans la colonne A du tableau le nombre de centièmes de sucre pur contenus dans la mélasse ou sa richesse, son titre.

A défaut de la table de M. Clerget, voici comment on calcule la richesse en sucre de la mélasse essayée. Soient :

P la richesse °/₀ eu sucre cristallisable ;

t la température à laquelle on a opéré ;

C la somme ou la différence des déviations ;

On a $P = \frac{200 \times C}{288 - T}$

Remarques. — On opérerait de la même manière pour la dissolution d'un sucre brut ou de toute autre substance sucrée.

Avant de faire pour la première fois une inversion il sera bon de faire un essai sur un liquide ne contenant que du sucre cristallisable, et de voir si la table

de Clerget donnera le même nombre que la lecture directe.

DOSAGE DU SUCRE INCRISTALLISABLE.

Ce dosage, dû à M. Barreswil, est fondé sur la propriété suivante que possède le sucre incristallisable et dont ne jouit pas le sucre cristallisable.

Si on fait bouillir du sucre incristallisable avec une dissolution de tartrate de protoxyde de cuivre dans de la potasse, dissolution qui a une très-belle couleur bleue, le sucre incristallisable s'empare (pour se transformer en différents acides) d'une partie de l'oxygène du protoxyde et il se précipite du sous-oxyde rouge de cuivre, tandis que la couleur bleue de la dissolution disparaît peu à peu. Lorsque tout le tartrate de cuivre est décomposé, le liquide n'est plus coloré, et il reste au fond du vase un précipité d'un beau rouge.

Le même poids de sucre incristallisable décompose toujours le même poids de tartrate de cuivre.

— Il faut pour le dosage qui nous occupe avoir une dissolution cuivrique titrée.

Préparation de la liqueur cuivrique.

On se trouvera bien de préparer à la fois une assez grande quantité de liqueur cuivrique, car l'usage

prouve qu'elle précipite d'autant mieux qu'elle est faite depuis plus longtemps.

Pour avoir 1 litre de liqueur on fait dissoudre à chaud 34 gr. à 35 gr. *de sulfate de cuivre* pur dans 200 à 300 cmc. *d'eau distillée*; d'autre part, environ 130 gr. de *soude caustique* et 160 gr. de *crême de tartre* pulvérisée et pure dans 500 à 600 cmc. d'eau, on verse peu à peu dans cette deuxième dissolution le sulfate de cuivre, et on fait bouillir quelque temps le mélange en s'assurant que tout est bien dissous. On laisse refroidir et on complète le litre avec de l'eau distillée. Au bout de 4 à 5 jours on filtre la liqueur pour la séparer du dépôt qui s'y forme toujours, et on la conserve dans une bouteille bleue, ou simplement dans un litre en verre vert, bien bouché et à l'abri de la lumière.

Si on prépare à la fois cinq ou six litres de liqueur, on doit, de temps en temps, la filtrer et s'assurer que son titre n'a pas changé.

Titrage de la liqueur cuivrique.

Titrer la liqueur, c'est déterminer quel poids de sucre incristallisable il faudra pour en décolorer un volume donné, par exemple 20 cmc.

Pour ce titrage, on commence par préparer une dissolution de sucre incristallisable, telle que 1 cmc.

de la liqueur contienne 1 cgr. de sucre incristallisable.

On pèse dans un verre taré 4 gr. 75 de sucre raffiné aussi pur et aussi sec que possible. Ces 4 gr. 75 de sucre cristallisable formeront en s'hydratant sous l'influence d'un acide 5 gr. de sucre incristallisable.

On dissout ce sucre dans de l'eau distillée et on verse la solution dans une fiole à médecine, on lave soigneusement le verre, comme dans le cas des sucres bruts, et on verse les eaux de lavage dans la fiole. On ajoute alors 1 à 2 gr. ou 1 à 2 cmc d'acide chlorydrique pur ; on agite pour mélanger, et on chauffe pendant 8 à 10 minutes de 68 à 80°. Il ne faut pas que le liquide prenne une teinte foncée qui serait due à du sucre incristallisable altéré par un excès d'acide.

On laisse refroidir le liquide et on le verse dans un flacon jaugé de 500 cmc., on complète le demi-litre avec de l'eau distillée avec laquelle on lave la fiole qui a servi à opérer l'inversion.

On a de cette manière :

500 cmc. contenant 5 gr. de sucre incristallisable.
1 cmc. — 1 cg. — —

On conserve cette liqueur dans un flacon bouché à l'émeri, et on peut s'en servir pendant un temps plus ou moins long, jusqu'à ce qu'elle prenne une légère teinte verte, et qu'il se forme dans son sein des dépôts floconneux.

— Pour titrer la liqueur cuivrique on en prend,

avec une pipette (1) jaugée, 20 cmc. qu'on verse dans

un petit ballon d'environ 100 cmc., en verre bien blanc, à fond très-légérement aplati et pouvant aller au feu.

D'un autre côté, on remplit avec la liqueur sucrée

(1) Une pipette est un tube en verre renflé vers une de ses extrémités, et portant un trait de jauge auquel doit arriver le niveau du liquide.

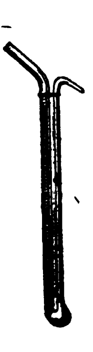
Pour la remplir, on plonge la partie inférieure dans le liquide, et on aspire par l'extrémité supérieure, puis en bouchant presque complétement cette extrémité avec l'index, on laisse couler le liquide jusqu'au trait.

On doit toujours vider la pipette de la même manière et suivant la méthode pour laquelle elle a été jaugée.

Le plus souvent on laisse l'écoulement se faire de lui-même, puis on appuie la pointe de la pipette contre la paroi du vase pour faire tomber les dernières gouttes.

une burette graduée en centimètres cubes et dixièmes de centimètres cubes.

On se sert avec avantage d'une burette de Gay-Lussac, d'environ 30 cmc., dont le tube large, qu'on peut fermer avec l'index, est incliné de manière à former à peu près le prolongement de la partie recourbée du petit tube.



On a soin d'enduire d'une très légère couche de suif l'extrémité du petit tube par lequel se fait l'écoulement. Cette recommandation, bonne à suivre toutes les fois qu'on a à verser un liquide d'un vase dans un autre, a pour but d'empêcher que le liquide ne coule le long des parois extérieures du vase.

On remplit donc avec la liqueur sucrée la burette jusqu'à ce que l'extrémité inférieure du ménisque corresponde avec la division O.

On prend alors le ballon par le col, avec une pince en bois, et en le tenant au-dessus d'une lampe à gaz ou à alcool on fait légèrement bouillir la liqueur cuivrique. Pendant que l'on tient ainsi le ballon de la main gauche, on prend la burette avec la main droite et on verse peu à peu dans le ballon la liqueur sucrée, en faisant bouillir à chaque fois. Sous l'action décomposante du sucre incristallisable, il se forme d'abord un précipité qui paraît rouge violacé et qui, à chaque addition de la liqueur sucrée, prend de plus en plus nettement la couleur rouge vif de l'oxydule de cuivre; en même temps la couleur bleue de la liqueur cuivrique devient de moins en moins foncée. Quand on ne voit plus, après le dépôt de l'oxydule de cuivre, qu'une légère teinte bleue, on ajoute, goutte à goutte, la liqueur sucrée, et on regarde si la goutte ne forme pas sur le liquide éclairci par le repos un léger nuage jaunâtre. Lorsque ce nuage ne se forme plus, que la couleur bleue du liquide est complétement disparue, on peut être sûr que tout le cuivre a été précipité de sa dissolution, et on lit alors sur la burette, en se servant toujours de la partie inférieure du ménisque, le nombre de divisions qui a été nécessaire pour la décoloration.

Admettons qu'il ait fallu exactement 10 cmc. (1), on

(1) Cela supposerait que la liqueur contient par litre 34,64 de sulfate de cuivre chimiquement pur.

en conclut *que 20 cmc. de la liqueur cuivrique sont décolorés par 10 cgr. de sucre incristallisable.*

Remarques. — Dans cette détermination il faut prendre les précautions suivantes :

1. Opérer dans un lieu bien éclairé.

2. Après l'ébullition, laisser le précipité se déposer complétement et regarder le liquide suivant sa plus grande épaisseur en plaçant le ballon devant une feuille de papier blanc.

3. Regarder le liquide avant qu'il soit refroidi, car par le refroidissement il reprend une légère teinte bleue.

4. Une fois que le liquide est bien décoloré et qu'on a noté le nombre de centimètres cubes versés, voir si en ajoutant encore une ou deux gouttes de la solution sucrée on obtient une couleur brune due à l'action de l'alcali de la liqueur sur le sucre incristallisable.

5. Ne se servir que de ballons en verre bien blanc ; avec du verre vert il n'y a pas moyen d'apprécier la décoloration.

6. Pendant l'ébullition, incliner le ballon de manière à n'être pas atteint par les projections qui peuvent se produire. Ces projections sont, au reste, peu à craindre si on se sert d'un ballon à col étroit.

7. Enfin, pour être bien certain de l'exactitude de son titrage, il faut faire deux ou trois déterminations : la première guide pour les suivantes qui se font d'une manière plus rapide et plus exacte.

Détermination du sucre incristallisable de la mélasse.

Voici maintenant comment on se sert de la liqueur cuivrique pour doser le sucre incristallisable d'une mélasse.

On remplit la burette avec la dissolution décolorée de la mélasse qu'on a obtenue comme nous l'avons dit dans la détermination du sucre cristallisable. On a soin, avant de la remplir, de laver la burette avec quelques centimètres cubes de cette même dissolution.

On prend avec la pipette 20 cmc. de la liqueur cuivrique qu'on verse dans le ballon en verre blanc, et on opère comme dans le titrage de la liqueur jusqu'à la disparition de la teinte bleue.

Arrivé à ce point, on lit le nombre de centimétres cubes versés ; admettons qu'il ait fallu pour la décoloration 15 cmc.

Nous savons que 20 cmc. de la liqueur cuivrique sont décolorés par 0gr,10 de sucre incristallisable. Nous en concluons que les 15 cmc. de la dissolution de la mélasse contiennent 0gr,10 de sucre incristallisable.

$$1 \text{ cmc. en contient } \frac{0^{gr},10}{51}$$

Nous savons aussi que 1 cmc. de cette dissolution

contient $0^{gr},1635$ de mélasse, puisque nous en avons dissout $3 \times 16^{gr},35$ dans 300 cmc., donc $0^{gr},1635$ de mélasse contiennent $\frac{0^{gr},10}{15}$ de sucre incristallisable.

100 gr. de mélasse en renferment $\frac{0^{gr},10 \times 100}{15 \times 0,1635}$

Cette fraction peut s'écrire ainsi :

$$\frac{10}{0,1635} \times \frac{1}{15}$$

On calcule, une fois pour toutes, le rapport $\frac{10}{0,1635}$, et on a ainsi un nombre que nous appellerons le *titre* de la liqueur pour 20 cmc.

Il suffit alors, pour avoir la richesse d'une mélasse en sucre incristallisable, de diviser le titre de la liqueur employée par le nombre de centimètres cubes nécessaire à la décoloration.

Remarques. — 1. Dans la détermination du sucre incristallisable les précautions à prendre sont les mêmes que celles indiquées pour le titrage de la liqueur.

Comme on n'arrive jamais à décolorer complétement avec le noir fin la dissolution de la mélasse, il est plus difficile d'apprécier exactement le moment où disparaît la teinte bleue de la liqueur cuivrique, aussi on doit s'arrêter lorsqu'on a un liquide ayant la même teinte ou une nuance un peu plus foncée que la dissolution de la mélasse. On a soin de se guider sur le

nuage jaunâtre qui doit apparaître à la surface du liquide lorsqu'il y a encore du cuivre dissous, au moment où on verse une goutte de la liqueur sucrée.

2. Lorsqu'on est arrivé à la décoloration, on lit le nombre de centimètres cubes versés, puis, comme vérification, on verse encore dans le ballon quelques gouttes de la liqueur, et on voit si on obtient la teinte brune due à l'action de l'alcali sur le sucre incristallisable.

3. Quelquefois il reste dans la dissolution de la mélasse un excès de sous-acétate de plomb, et le plomb, en se précipitant dans la liqueur alcaline, masque les réactions du sucre interverti sur le sel de cuivre; dans ce cas, au moyen du flacon de 50-55 cmc. ou de deux pipettes dont l'une a dix fois le volume de l'autre, on étend le liquide sucré de 1/10e de son volume, avec une dissolution de *sulfate de soude*; tout le plomb se précipite; on filtre et on a alors une nouvelle liqueur avec laquelle on opère comme il a été indiqué; seulement on a soin d'augmenter de 1/10e le résultat trouvé.

4. Avec la liqueur cuivrique on peut employer un autre procédé de dosage. Dans un volume connu de liqueur cuivrique contenant un poids connu de sulfate de cuivre, on verse un volume déterminé de la liqueur sucrée, volume qu'on prend trop faible pour précipiter tout le cuivre.

On fait bouillir et on filtre pour séparer le cuivre précipité.

Dans la liqueur filtrée on dose le sulfate de cuivre restant par une quelconque des méthodes de dosage du cuivre. On peut alors calculer par différence le poids de sulfate de cuivre décomposé par le volume de liqueur sucrée ; et par suite le sucre incristallisable contenu dans la liqueur en sachant que 1gr. de sucre incristallisable décompose 6gr.,928 de sulfate de cuivre. Les méthodes de dosage du cuivre se trouvent dans tous les traités d analyse, et leur description sortirait du cadre de ce manuel.

Détermination du sucre incristallisable dans les sucres bruts.

Dans les sucres bruts exotiques ou indigènes, on dose le sucre incristallisable en se servant de la dissolution des 16,35 dans 100 cmc., et en opérant avec la liqueur cuivrique comme il a été dit pour les mélasses.

Comme les sucres bruts contiennent ordinairement très peu de sucre incristallisable, on ne prend que 10, 5 ou même 2 cmc. de la liqueur cuivrique (1), et alors c'est la moitié, le quart ou le dixième du nombre trouvé pour titre avec 20 cmc., qu'on divise par le nombre de centimètres cubes de la solution sucrée qu'il a fallu verser pour obtenir la décoloration.

(1) Dans ce cas on pourra se servir au lieu de ballons, de tubes en verre de 20 à 25 mm. de diamètre sur 200 à 300 mm. de longueur.

Dans ce dosage, une fois qu'on a versé le liquide sucré, il faut avoir soin de faire bouillir la liqueur le moins longtemps possible, afin d'être bien sûr que par l'ébullition on n'a pas converti du sucre cristallisable en sucre incristallisable.

Remarque. — Lorsque les sucres indigènes ou exotiques ont fermenté pendant l'emmagasinage ou le transport, et qu'ils contiennent une forte proportion de sucre incristallisable, il faut faire l'inversion pour avoir leur richesse exacte en sucre cristallisable, car dans ce cas le sucre incristallisable n'a pas été altéré par l'ébullition et il agit fortement sur la lumière polarisée.

On fera bien, quand on le pourra, pour les sucres indigènes fermentés, dans lesquels la fermentation se produit par point, et pour les sucres exotiques qui ont quelquefois une composition très peu homogène, de faire l'analyse sur 163gr,5 qu'on dissoudra dans 1 litre d'eau ; il n'y aura rien de changé pour le reste de l'opération.

DOSAGE DE L'EAU ET DES CENDRES DES MÉLASSES.

Ces dosages pour les mélasses se font de la même manière que pour les sucres.

On pèse de 2 à 5 gr. de mélasse, suivant la grandeur de la capsule, et on laisse sécher à l'étuve de 110° à 115°, jusqu'à ce que deux pesées successives à

un quart d'heure d'intervalle donnent le même résultat. Le temps nécessaire pour la dessication est très long : il faut au moins 12 heures. Pour l'abréger un peu, on mélange la mélasse avec du verre pilé ou du quartz dont on met dans la capsule un poids connu, environ une à deux fois le poids de la mélasse.

— Pour avoir des cendres sulfatées bien blanches, il faut opérer la calcination à une température peu élevée; mettre la capsule sur le devant de la moufle pour que le charbon se trouve en contact avec de l'air sans cesse renouvelé, et attendre que toutes les parties incandescentes soient disparues sans remuer les cendres avec le fil de platine. Lorsqu'on ne voit plus dans la capsule aucun point brillant, on humecte les cendres avec quelques gouttes d'acide sulfurique pour convertir en sulfates les sulfures qui ont pu se former, et on chauffe de nouveau, quelques instants, la capsule au rouge vif.

Dans le travail d'une sucrerie ou d'une raffinerie, si on veut passer des cendres sulfatées aux cendres ordinaires, on fera bien de ne pas se servir, sans vérification, du coefficient 0,9. On prendra plusieurs échantillons de mélasse, on en calcinera une partie sans ajouter d'acide, une autre en sulfatant la mélasse, on calculera les rapports des cendres sulfatées aux cendres ordinaires, et la moyenne de ces rapports donnera un coefficient dont on pourra continuer à se servir.

CHAPITRE IV.

LIQUIDES SUCRÉS.

SUCRE CRISTALLISABLE.

L'essai de tous les liquides sucrés est le même que celui des mélasses. On en pèse 16 gr. 35, s'il suffit de clarifier avec le sous-acétate de plomb ; 49 gr. 05 s'il faut décolorer avec le noir fin, et on dissout dans 100 ou 300 c.c.

— Quelquefois, surtout pour les liquides renfermant peu de sucre, on veut savoir la quantité de sucre que renferme 1 litre de liquide. On pourrait alors opérer comme précédemment, puis prendre la densité du liquide en en pesant 100 c.c., et passer par le calcul de la composition en centièmes à la richesse par litre.

Mais on peut arriver plus rapidement au résultat demandé.

Deux cas se présentent :

1° Le liquide est assez transparent pour pouvoir être regardé au saccharimètre sans qu'il ait besoin d'être clarifié.

Alors on passe simplement le liquide sur un filtre pour séparer les matières en suspension, et on en remplit le tube du saccharimètre ; on amène l'égalité

de teinte ; on lit le nombre de divisions correspondant sur l'échelle ; on multiplie ce nombre par 1,635, et on a le poids en grammes du sucre contenu dans 1 litre du liquide.

Nous savons, en effet, que 100 divisions du saccharimétre correspondent à 16 gr. 35 de sucre pur contenus dans 100 c.c. d'eau, ou 163 gr. 5 de sucre dans 1 litre.

Par suite, 1 division indique		1 gr. 635 dans 1 litre.
—	*n*	*n* × 1 gr. 635 dans 1 litre.

2° Le liquide doit être clarifié.

On verse alors le liquide dans le flacon de 50 c.c. jusqu'au premier trait ; on ajoute 1 à 3 c.c. de sous-acétate de plomb, et avec de l'eau ordinaire on achève de remplir le ballon jusqu'au second trait ; on agite pour mélanger, on filtre, et on opère comme dans le premier cas. Seulement on augmente le résultat de 1/10 pour compenser la dilution dans le même rapport de 1/10 qui est résultée de l'addition du sous-acétate de plomb étendu.

Si le liquide est trop riche (s'il contient plus de 24 gr. 42 de sucre par litre), on ne peut plus le regarder immédiatement au saccharimètre dont l'échelle ne comprend que 150 divisions. Alors on l'étend d'eau, et de sous-acétate, si c'est nécessaire, dans un rapport convenable, puis on augmente dans le même rapport le résultat trouvé.

— Si les sirops contiennent des sucrates alcalins, spécialement des sucrates de chaux, le sucre en combinaison perd une partie de son pouvoir rotatoire. Pour obtenir un résultat exact, on ajoute au liquide de l'acide acétique en excès, de manière que le mélange ait une réaction fortement acide.

Remarques. — 1° Dans la table de Clerget, la dernière colonne verticale donne en regard du nombre de divisions trouvé au saccharimètre, le produit calculé de ce nombre par 1 gr. 635.

2° Si on est obligé de faire l'inversion, la richesse en sucre de 1 litre du liquide est donnée par le nombre de la dernière colonne verticale de la table, obtenu en suivant la ligne horizontale qui comprend le nombre *C* trouvé comme nous l'avons dit en parlant de l'inversion.

SUCRE INCRISTALLISABLE.

On peut vouloir déterminer le sucre incristallisable contenu dans 1 litre de liquide : on remplit alors la burette graduée avec le liquide tel qu'il est, ou clarifiée avec du sous-acétate de plomb ajouté en petite proportion dans un rapport connu ; on prend, suivant la richesse présumée du liquide en sucre incristallisable, 20, 10 ou 5 c,c. de la liqueur cuivrique, et on opère comme il a été indiqué.

Admettons qu'on ait clarifié le liquide avec 10 p. 100

de sous-acétate de plomb très étendu avec de l'eau distillée ; qu'on ait pris 5 c.c. de la liqueur cuivrique, dont 20 c.c. sont décolorés par 10 c.g. de sucre incristallisable, par suite 5 cc. par 2 c.g. 5.

Supposons enfin qu'il faille, pour décolorer ces 5 c.c. de liqueur cuivrique, 45 c.c. du liquide sucré et clarifié.

Nous en concluons que 45 c.c. de ce liquide clarifié contiennent 2 centigr. 5 de sucre incristallisable, et (tenant compte de l'addition de 1/10 de sous-acétate) que 45 c.c. de liquide sucré en contiennent 2 cg. 5 + 0 cg. 25 = 2 cg. 75, enfin, que 1 litre renferme

$$\frac{2 \text{ cg. } 75 \times 1{,}000}{45} = 0 \text{ gr. } 61 \text{ de sucre incristallisable.}$$

CAS DES LIQUIDES SUCRÉS TRÈS-IMPURS.

Si on a à doser les sucres contenus dans un liquide tenant en dissolution avec peu de sucre cristallisable, proportionnellement beaucoup de sucre incristallisable et de matières organiques qui peuvent être douées du pouvoir rotatoire, on dose généralement les deux sucres par la méthode Barreswill.

Voici comment on opère :

On commence par clarifier le liquide avec du sous-acétate de plomb.

On dose le sucre incristallisable comme nous venons de le dire.

Puis, dans le flacon de 50-55, avec quelques centimètres cubes d'acide chlorhydrique, on convertit tout le sucre cristallisable en sucre incristallisable en suivant la marche indiquée pour l'inversion. On filtre le liquide refroidi, on le verse dans la burette, et avec la liqueur cuivrique on détermine le sucre incristallisable que maintenant contient ce liquide.

Je suppose qu'après avoir tenu compte, dans le calcul, de l'addition du sous-acétate, puis de l'acide chlorydrique, on ait trouvé que 1 litre de liquide sucré contient

4 gr. de sucre incristallisable avant l'inversion,
16 gr. — après —

cela prouve qu'avec le sucre cristallisable contenu dans 1 litre du liquide on a obtenu 16 gr. — 4 = 12 gr. de sucre incristallisable. Mais nous avons dit que 4 gr. 75 de sucre cristallisable donnaient, par l'inversion, 5 gr. de sucre incristallisable, donc 12 gr. de sucre incristallisable correspondent à

$$\frac{12 \text{ gr.} \times 4,75}{5} = 12 \text{ gr.} \times 0,95 = 11 \text{ gr. } 40$$

de sucre cristallisable.

Ainsi le liquide contenait 11 gr. 40 de sucre cristallisable et 4 gr. de sucre incristallisable.

En regardant le liquide et en faisant l'inversion au saccharimètre, on trouvera un résultat souvent semblable, d'autres fois un peu différent.

CHAPITRE V.

ANALYSE DES BETTERAVES.

On obtient la richesse pour cent en sucre d'un lot de betteraves de la manière suivante : On choisit un certain nombre de betteraves suffisant pour représenter un échantillon moyen du lot à analyser.

On enlève leurs radicelles, on les étête et on les lave.

Suivant le nombre et la grosseur des betteraves choisies, on les coupe en 4 ou 8 parties par des plans passant aussi exactement que possible par l'axe de la betterave. Chacune de ces parties contenant les différentes zônes concentriques de la betterave dans les mêmes proportions que la racine entière, on peut admettre que sa richesse moyenne en sucre est la richesse moyenne de la racine entière.

On prend donc une tranche de chaque betterave et on la réduit en pulpe très-fine en la frottant fortement sur une râpe qu'on tient au-dessus d'une terrine.

On mélange bien la pulpe avec le jus qui a pu s'écouler dans le râpage, et on en pèse rapidement 200 gr. dans une capsule en porcelaine. On introduit ces 200 gr. dans un petit sac (de 7 à 8 cm. de largeur

sur 15 à 20 de longueur) en toile très-résistante. On le ferme en en repliant plusieurs fois sur elle-même la partie supérieure; on a soin pendant cette opération de placer le sac dans un entonnoir au dessus du flacon de 300 cmc., dans lequel on réunira le jus et les eaux de lavage, — on laisse égoutter le sac quelques instants dans l'entonnoir. On le place ensuite sous une petite presse à vis, qu'on fait manœuvrer avec la main, et qui est disposée de telle sorte qu'il ne puisse se perdre aucune goutte de liquide.

On presse d'abord très-doucement, puis un peu plus fortement, et à chaque augmentation de pression on laisse écouler pendant quelque temps le sirop qui coule dans l'entonnoir placé au-dessus du flacon de 300 cmc.

Lorsque le sac est suffisamment aplati, on relève la presse, on plie le sac en deux ou en quatre et on presse de nouveau aussi fortement que le permet la résistance de l'appareil, mais toujours en exerçant peu à peu la pression pour ne pas faire éclater le sac. Au bout d'une demi-heure, on retire le sac, on l'ouvre, et, sans la sortir, on traite la pulpe avec un peu d'eau bouillante, puis on recommence la pression. On peut faire une fois ou deux ce lavage par l'eau bouillante. — (Plusieurs essais nous ont montré que la pression, après macération, contribuait pour un dixième au sucre total extrait.)

On lave enfin l'intérieur de la presse avec un peu d'eau chaude, s'arrangeant de manière à ce que le jus

et toutes les eaux de lavage ne remplissent pas le flacon de 300 cmc.

On laisse refroidir le liquide et on complète les 300 cmc. avec du sous-acétale de plomb. On filtre, il passe un liquide très-clair qui n'a pas besoin d'être décoloré par le noir.

— On fait une première lecture au saccharimètre, puis une seconde aprés inversion. Je suppose qu'en suivant la ligne horizontale comprenant le nombre *C* ainsi trouvé, on arrive dans la dernière colonne verticale au nombre 65,40. — Ce nombre indique qu'*il* y aurait 65 gr. 40 de sucre dans 1 litre de liquide; qu'il y en a $\frac{300 \times 65,40}{1000}$ dans les 300 cmc. ou les 200 gr. de betterave analysés.

Dans 100 gr. il y aura $\frac{3 \times 65,40}{20}$ de sucre.

Remarque. — On peut désirer savoir le poids du jus exprimé directement avant la macération dans l'eau chaude, le degré aréométrique de ce jus, et sa richesse par litre.

Alors on recueille le jus dans une petite éprouvette qu'on pèse vide, puis contenant le jus : la différence de poids donne le poids du jus.

— Si l'éprouvette est graduée, on a en même temps le volume du jus. Connaissant le poids et le volume, on peut en calculer la densité.

— Avec un petit aréomètre Beaumé, graduée de 0° à 20° on en prend le degré aréométrique.

— Enfin, on peut en déterminer la richesse par litre, comme nous l'avons dit dans le deuxième cas des liquides sucrés.

— On peut encore demander la proportion p. 100 de betterave, de l'eau et des cendres.

Eau. — Au moyen d'une lame très fine et bien tranchante, on découpe sur les betteraves des tranches qui en représentent la composition moyenne, on prend ces tranches avec une petite pince, en ayant soin de ne pas les presser de manière à en exprimer le jus; on en pèse 10 à 20 gr. dans une capsule en porcelaine, et on les fait sécher à l'étuve jusqu'à ce que deux pesées consécutives donnent les mêmes résultats. — La perte de poids donne la proportion d'eau.

Cendres. — On calcine les tranches séchées et on a les cendres; on peut calciner avec ou sans acide sulfurique; si on n'en ajoute pas, il faut opérer à une basse température pour ne pas volatiliser les sels : à peine au rouge sombre.

Il y a plus d'intérêt à doser les sels contenus dans le jus exprimé d'une façon analogue à celle qu'on emploiera en grand dans la sucrerie.

Il faut alors, avant de commencer la calcination, opérer dans l'étuve la dessication complète du jus; sans cela, au moment ou on mettrait la capsule dans la moufle, il se produirait des projections qui changeraient complétement le résultat.

— On peut enfin, avec la liqueur Barreswill, voir

s'il y a du sucre incristallisable dans le jus de la betterave, et le doser s'il y a lieu.

ANALYSE DE LA CANNE A SUCRE.

Pour doser le sucre cristallisable contenu dans une canne, on prend 200 gr. de tranches minces coupées dans la canne à différentes hauteurs; on les soumet, comme dans le cas de la betterave, à l'action de la presse, et on recueille le jus ainsi que les eaux de lavage dans le flacon de 300 cmc. On ajoute 1 à 2 cmc. de sous-acétate de plomb; on filtre, il passe un liquide très clair qui sert à l'analyse saccharimétrique. — Le plus souvent on doit faire l'inversion. — Par le même calcul que celui indiqué pour la betterave, on passe de la richesse du jus à la richesse de la canne.

Il faut toujours voir s'il y a du sucre incristallisable et le doser.

— On peut essayer de la même manière toutes les substances saccharifères. — Enfin, sans entrer dans des détails maintenant inutiles, nous dirons que comme vérification de l'analyse au saccharimètre on pourra doser le sucre cristallisable et le sucre incristallisable en se servant de la liqueur cuivrique suivant la méthode indiquée pour les liquides sucrés très impurs.

CHAPITRE VI.

DOSAGE DES MATIÈRES COLORANTES.

On dose les matières colorantes contenues dans le sucre brut et les liquides sucrés en admettant qu'elles ne sont autres que du caramel ou tout au moins qu'elles ont à peu près le même pouvoir colorant ; on les détermine, en effet, en comparant leur dissolution avec une dissolution titrée de caramel pur.

La préparation du caramel pur est assez délicate et assez longue, car le caramel doit être exempt de sucre et de charbon : on prend 200 gr. de sucre raffiné qu'on chauffe pendant une heure et demie à une température d'environ 215°. Il ne faut pas dépasser cette température et surtout ne pas laisser la flamme lécher la capsule. Pour vérifier la pureté du caramel ainsi obtenu, on en dissout quelques grammes dans de l'eau ; on décolore avec du sous-acétate de plomb et un peu de noir fin en prenant les précautions indiquées ; on fait chauffer quelque temps la dissolution avec de l'acide chlorhydrique; et on voit avec la liqueur cuivrique s'il y a du sucre interverti ; si on trouve ainsi des traces de sucre, on chauffe de nou-

veau le caramel à 215° et on recommence le même essai.

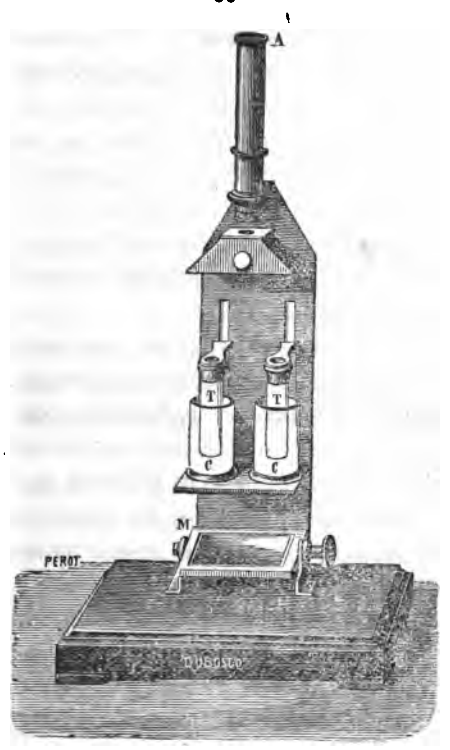
On arrive de la sorte à avoir du caramel qui ne contient, comme impuretés, que quelques parties charbonnées en proportion insignifiante.

— On en dissout 2 gr. dans 1 litre d'eau distillée, et on a ainsi une liqueur contenant 0gr,2 de caramel par 100 cmc. — Il ne faut pas se préoccuper outre mesure de la pureté du caramel, car on a plutôt à comparer la coloration de deux liquides qu'à déterminer exactement ce que ces liquides contiennent de matières colorantes.

— D'un autre côté, on dissout dans 100 cmc. d'eau un poids déterminé de sucre brut ou de sirop. Ce poids varie évidemment suivant la coloration du sucre et du sirop. Il reste alors à comparer cette dissolution à la liqueur titrée au moyen du *colorimètre.*

M. Payen a construit un premier colorimètre dont l'emploi est assez difficile; M. J. Duboscq en a construit un second qui permet de voir à la fois les deux liquides et d'obtenir des résultats très exacts.

On place les deux liquides dans des éprouvettes cylindriques CC, en verre, fixées à côté l'une de l'autre, devant la tablette verticale du colorimètre.



Dans ces deux éprouvettes, deux tubes d'un diamètre plus petit TT', fermés à la partie inférieure par un disque en verre, peuvent monter et descendre au moyen de deux pignons mobiles engrenant dans deux crémaillères taillées dans la planchette verticale.

A chaque pignon est fixé un vernier qui se meut

sur une règle divisée et qui mesure la distance entre le fond de l'éprouvette et le disque inférieur du tube mobile. Au moyen d'un appareil d'optique A, formant la partie supérieure du colorimètre, on peut voir à la fois les deux colonnes de liquide qui sont comprises entre le fond de l'éprouvette et le disque mobile, et qui sont éclairées convenablement au moyen du miroir M placé à la partie inférieure et mobile autour d'un axe horizontal.

Ces deux colonnes sont vues sur deux demi-disques avec une couleur jaune plus ou moins foncée, suivant la hauteur des colonnes, si les liquides renferment la même proportion de caramel; suivant la richesse des liquides en caramel, si les deux colonnes ont la même hauteur. Dans ce dernier cas, en faisant varier les hauteurs on arrive à avoir la même nuance sur les deux demi-disques.

Je suppose que la dissolution titrée soit dans le godet de *droite*, et qu'on amène le disque inférieur du tube mobile à 20 mm. du fond du godet. On a ainsi une colonne de 20 mm. qui donne au demi-disque de *gauche* une coloration jaune-pâle. J'admets que, pour que le demi-disque de *droite* ait la même coloration, il faille donner une hauteur de 40 mm. à la colonne du liquide placé dans le godet de *gauche*, cela apprendra que la dissolution à essayer contient une proportion de caramel moitié de celle contenue dans le liquide titré. *En effet, pour une même teinte des deux demi-disques, les proportions de caramel contenues dans les*

deux liquides sont en raison inverse des hauteurs qu'on a dû donner aux colonnes de ces liquides.

100 c.c. de la dissolution essayée contiennent donc, dans le cas dont nous venons de parler, $\frac{0 \text{ gr. } 2}{2}$ de caramel. — Si on a dissous, par exemple, 10 gr. de sirop dans les 100 c.c., on saura que 10 gr. de sirop contiennent 1 d.c.g. de caramel.

— Si on n'a pas de colorimètre à sa disposition, on peut opérer comme l'a indiqué M. Monnier.

Dans une série de tubes de même capacité (20 c.c. par exemple), on dissout des poids de caramel allant en progression arithmétique : ainsi le premier tube recevra une partie de caramel ; le second, deux parties ; le troisième, trois parties, ainsi de suite ; puis on achèvera de remplir les 20 c.c. avec de l'eau distillée.

Sept à huit tubes suffisent pour ces expériences. Si l'on veut maintenant faire l'essai colorimétrique d'un produit sucré quelconque, on en dissout 2 gr. dans de l'eau distillée, on verse la dissolution dans un tube semblable aux premiers, et on achève de le remplir jusqu'au trait de jauge. On cherche ensuite, parmi les teintes plus ou moins brunes du colorimètre, celle qui s'approche le plus de la solution à essayer, et on obtient immédiatement, à 1/10 près, le caramel du produit soumis à l'essai.

Afin que l'on voie les plus petites différences de teintes, les tubes seront placés devant une feuille de papier blanc.

— *Note.* — Le colorimètre sert surtout à essayer le pouvoir décolorant des *noirs*. Avec un même volume d'une dissolution de caramel on épuise leur pouvoir décolorant, et ce pouvoir est proportionnel à la quantité du caramel enlevé.

Supposons que nous ayons à comparer 2 noirs fins, on pèse 5 gr. de chacun d'eux, et on délaie ces 5 gr. dans 100 c.c. de la dissolution titrée de caramel. Au bout de une heure à une heure et demie, le pouvoir décolorant est épuisé ; on filtre et on compare les deux liquides à la solution titrée.

Admettons que pour l'égalité de teinte, la hauteur de la colonne de la solution titrée étant 1, celles des deux autres liquides soient 1, 5 et 2.

Cela nous indique que le premier noir a enlevé un tiers du caramel, le second la moitié, le pouvoir décolorant du premier sera au pouvoir décolorant du second comme 1/3 est à 1/2, ou comme 2 est à 3.

CHAPITRE VII.

INSTRUMENTS ET PRODUITS CHIMIQUES NÉCESSAIRES DANS UN LABORATOIRE POUR LES SUCRES.

Instruments.

1 Balance de 300 gr., sensible au 1/2 mm., disposée comme nous l'avons indiqué.

1 Balance de Roberval pouvant peser 1 à 2 k^os^ à 5 décigrammes.

1 Saccharimètre avec 3 tubes ordinaires, 1 tube à inversion, des poids de 8 gr.175; 16 gr. 35 et 32 gr. 70; une table de Clerget; une lampe ou un bec de gaz enfermé dans une cage en tôle.

1 Colorimètre.

1 Etuve ou 1 bain de sable avec 1 ou 2 thermomètres.

1 ou plusieurs fours à moufle Wiesnegg avec moufles de rechange.

— Capsules en platine ayant les dimensions indiquées. — Dans un four on peut mettre à la fois 3 capsules en platine, ou 4 en les comprimant légèrement.

1 Fil de platine pour remuer les cendres, ayant 1 mm. 5 à 2 mm. de diamètre sur 200 mm. de longueur.

1 ou 2 Pinces en fer pour les capsules.
1 ou 2 Pinces en bois pour les petits ballons.
2 à 3 spatules en os.
2 à 3 Supports pour entonnoirs.
1 Presse pour betteraves.

Instruments gradués.

1 Thermomètre.
— Aréomètres Beaumé, de 0 à 10° pour les jus de betterave.
— de 0 à 20°, de 20 à 40° pour les sirops.
— de 40 à 50° pour les mélasses.

1	Flacon	de 1 litre.
	Id.	de 1/2 litre.
2 à 3	Id.	300 c.c.
5 à 6	Id.	100 c.c.
2 à 3	Id.	50,55 c.c.

6 Pipettes de 1, 2, 5, 10, 20, 25 c.c.
1 ou 2 Burettes de 30 cc.
1 Eprouvette graduée de 1/4 ou 1/2 litre.

Verrerie.

— Verres à pied de 125 à 250.
— Entonnoirs de 150.
1 grand Entonnoir de 1 à 2 litres.
— Eprouvettes non graduées de 1/2 litre.

1 Pissette montée.

1 Flacon bitubulé avec poire en caoutchouc pour cide sulfurique.

1 Mortier en cristal.

12 Agitateurs.

1 ou 2 Cristallisoirs.

1 Cloche.

12 petits Ballons en verre blanc, à fond légèrement ıplati.

— Assortiment de bocaux, de flacons et de tubes ɔouchés et non bouchés.

— Petits flacons de 8 gr. à 10 gr. par tare.

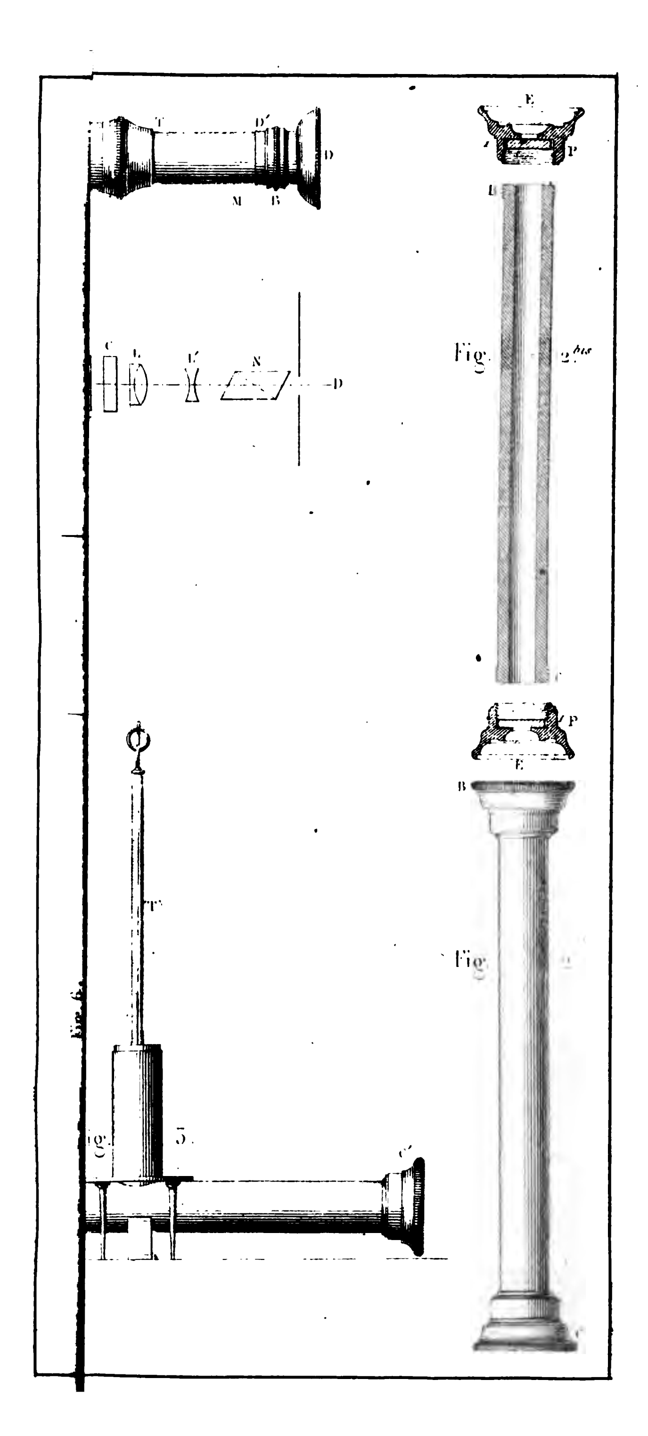
1 Bouteille en verre bleu pour la liqueur cuiırique.

— Soucoupes en verre pour mettre sous les flacons l'acide et sous les verres à pied pendant la filtraıion.

Produits chimiques.

Acide sulfurique pur.
— chlorhydrique pur.
— acétique pur.
— tannique pur (tannin).
— chlorhydrique ordinaire.
Alcool absolu.
Sous-acétate de plomb.
Sulfate de soude pur.
Ammoniaque pur.

Oxalate d'ammoniaque.
Sulfate de cuivre pur.
Soude caustique.
Crême de tartre pulvérisée.
} Pour la liqueur cuivrique.
Chlorure de calcium desséché.
Eau distillée.
Papier à filtre blanc.
Papier de tournesol.



T
D′
D
M
B
C
L
L′
N
D
E
P
B
Fig. 2bis
C
P
E
B
Fig. 2
C
T′
Fig. 5.
C′
Fig. 6.

POUR LA FOURNITURE DES APPAREILS NECESSAIRES

NOUS INDIQUERONS LES MAISONS SUIVANTES :

J. DUBOSCQ, rue de l'Odéon, n° 21 :

Saccharimètre;
Colorimètre;
Microscopes;
Tables de Clerget.

DELEUIL, rue du Pont-de-Lodi, n° 6 :

1° Petit Trébuchet faisant 50 grammes dans chaque plateau et accusant à cette charge 1/2 mm., sous cage vitrée en noyer, ou disposé dans une boîte en noyer à compartiments, pour voyageurs;

2° Balance sous cage vernie, avec plateaux en platine à fils de platine ou plateaux en cuivre à étrier rigide pouvant porter 300 grammes dans chaque plateau et sensible au demi-milligramme (figure);

3° Balance tout en fonte, montée sur socle de même métal, cage en acajou vitrée, avec 3 plans d'agate, disposée avec cavaliers remplaçant les fractions du centigramme, et pouvant porter 250 grammes dans chaque plateau, en étant sensible au dixième de milligramme (figure);

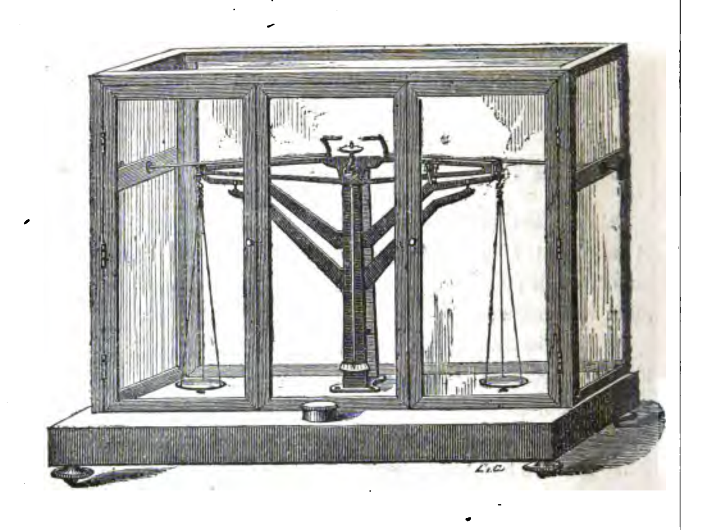
4° Balance sans cage, en chêne, vitrée, portant 1 kilogr. dans chaque plateau et accusant à cette charge 5 mm. (Modèle utile pour les analyses de betteraves et de mélasses).

5o Balances système Roberval, portant de 1 à 5 kilogr. et sensibles de 1 gr à 0 gr. 5;

6o Boîtes de Poids d'analyse. Fractions du gramme en cuivre, platine et aluminium;

7o Poids du commerce;

8o Petit niveau d'eau à bulle d'air, pour régler les vis à cales de balances.



WIESNEGG, place de la Sorbonne, no 6 :

Four à moufle pour l'incinération des sucres;

Étuve à bain de sable, fer et laiton, 5 verres, chauffée au gaz, de 0 m. 25 de côté;

Étuves en tôle, chauffées au gaz, sur dessin;

Bec Binsen ordinaire ;

Bec à gaz Wiesnegg, Robinet à gaz et à air, Jet à gaz latéral ;

Lampe à gaz pour calcinations, avec support, cheminée, chalumeau d'air forcé, à volonté ;

Lampe à gaz, avec capuchon en tôle, poor le saccharimètre.

FASTRÉ aîné, rue de l'École polytechnique :

Flacons de 100 cc. vérifiés spécialement pour les analyses de sucre.

Flacons de 1 litre, 1/2 litre, 300 cc., 50-55 cc. ;

Éprouvettes graduées ;

Pipettes de 1 à 100 cc.

Burettes de tous les modèles ;

Aréomètres ;

Alcoomètres ;

Densimètres pour les sucres (saccharimètres) ;

Thermomètres de tous les modèles et sur dessins ;

En général tous les Appareils gradués qui peuvent servir dans les analyses.

GODART et LABORDENARE, rue du Bouloi, 7 :

Affinage de platine ;

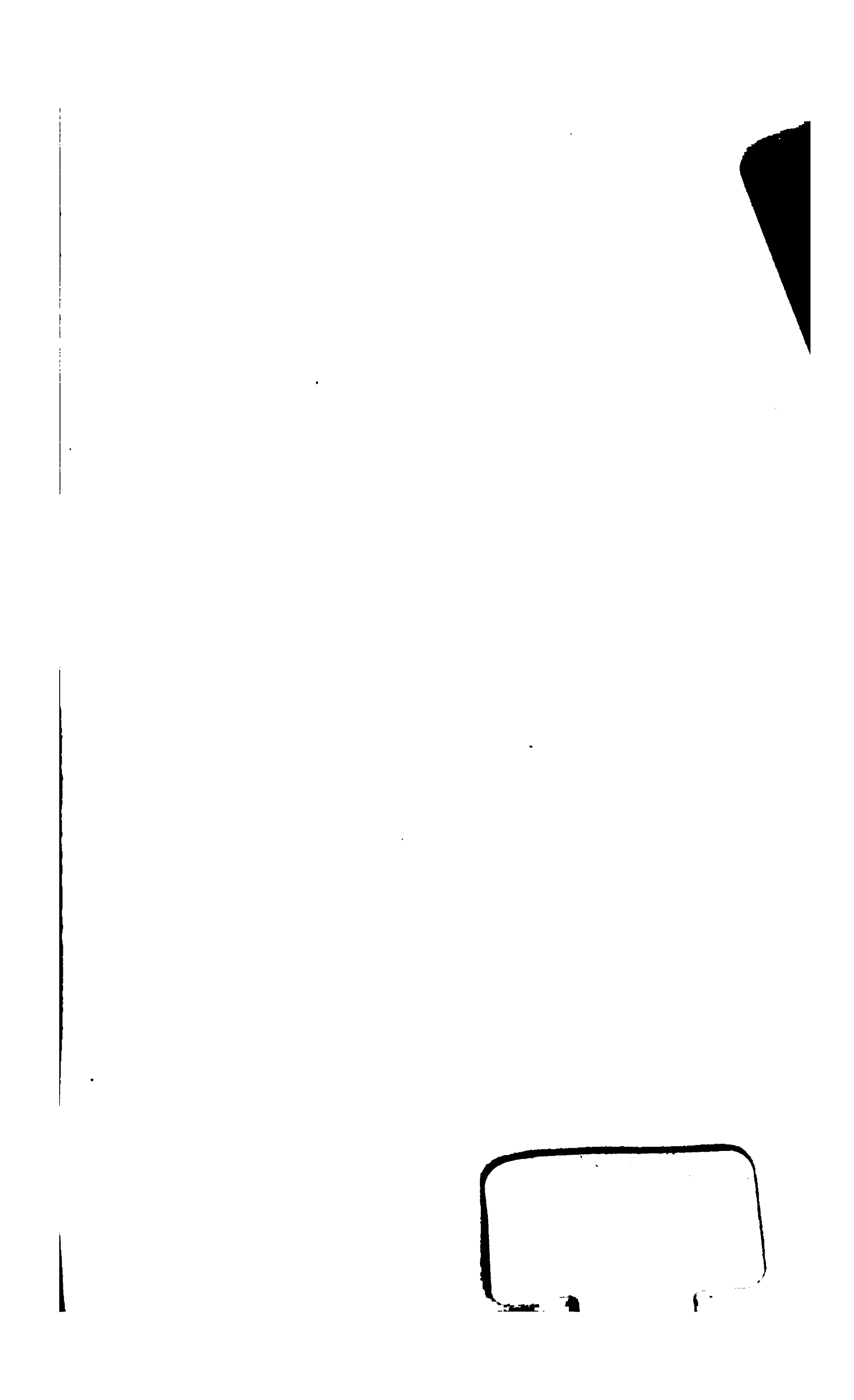
Capsules en platine, modèles habituellement employés pour l'incinération des sucres ;

Creusets et Capsules de toutes formes, sur commandes ;

Achat de vieux platine.

COMPIÈGNE. — IMPRIMERIE FERD. VALLIEZ

COMPIÈGNE. — IMPRIMERIE FERD. VALLIEZ




Chem 1108.68.3
Guide pour l'analyse des matieres
Cabot Science 003396432
3 2044 091 933 226